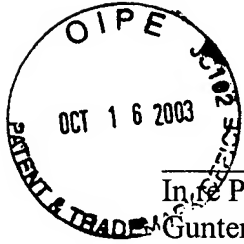


10-29-03

EL982103508us
Express Mail Label No.      Dated: 10/16/03

Docket No.: 02198/0200044-US0  
(PATENT)



**IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE**

In re Patent Application of:  
Gunter Pietsch

Application No.: 10/665,381

Confirmation No.: N/A

Filed: September 18, 2003

Art Unit: N/A

For: PROCESS FOR ENCAPSULATING  
DISSOLVED REACTANTS OF COLOR-  
REACTION SYSTEMS, THE CAPSULES  
OBTAINABLE THEREFROM AS WELL AS  
THEIR USE IN COLOR-REACTION PAPERS

Examiner: Not Yet Assigned

**CLAIM FOR PRIORITY AND SUBMISSION OF DOCUMENTS**

Commissioner for Patents  
P.O. Box 1450  
Alexandria, VA 22313-1450

Dear Sir:

Applicant hereby claims priority under 35 U.S.C. 119 based on the following prior foreign application filed in the following foreign country on the date indicated:

<u>Country</u>	<u>Application No.</u>	<u>Date</u>
Germany	102 43 921.4	September 20, 2002

Attorneys/Agents For Applicant



Papierfabrik August Koehler AG  
u.Z.: Pat 434/60-02

München, den 20.09.02  
Dr.H/hn (mr)

5

Verfahren zum Einkapseln gelöster Reaktionspartner von Farbreaktionssystemen,  
die danach erhältlichen Kapseln sowie deren Verwendung in Farbreaktionspapieren

10

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Einkapseln einer in einer wässrigen Emulsion vorliegenden Lösung von Reaktionspartnern von Farbreaktionssystemen durch übliche Mikro-einkapselungsverfahren, wobei der Reaktionspartner zunächst in einem Lösungsmittel gelöst und der erhaltenen Lösung unter schnellem Mischen ein Nichtlöser, der den Reaktionspartner allenfalls unwesentlich löst, in einer eine übersättigte Lösung einstellenden Menge beigemischt wird, die übersättigte Lösung unmittelbar unter schnellem Mischen in der wässrigen Phase emulgiert und unmittelbar danach das Einkapseln durchgeführt wird.

15

20

25

30

Ein Verfahren der oben beschriebenen Art ist aus der DE 34 42 268 C2 bekannt. Dieses Verfahren stellt darauf ab, dass übersättigte Lösungen von Reaktionspartnern von Farbreaktionssystemen mit insbesondere hohen Anteilen an billigem Nichtlöser ohne Beeinträchtigung der Schreibqualität des Farbreaktionssystems beim späteren Schreibvorgang eingekapselt werden können. Hierbei kann eine stark übersättigte Lösung der Reaktionspartner eingekapselt werden, sofern eine solche Lösung unmittelbar nach ihrer Herstellung einem Emulgier- und Einkapselungsvorgang unterworfen wird, bevor eine vorzeitige störende Auskristallisation des gelösten Reaktionspartners eingetreten ist. Werden derartig gewonnene Kapseln in Farbreaktionssystemen eingesetzt, dann laufen die beim Druckvorgang eintretenden Farbreaktionen überraschenderweise unbeeinträchtigt ab, nämlich so, als wenn in den Kapseln kein übersättigtes System, sondern ein reines nicht-gesättigtes System eingeschlossen wäre. Die hierbei eingesetzten Lösungsmittel bzw. Nichtlöser sind nicht biologisch abbaubar. Es wäre daher wünschenswert, biologisch abbaubare Lösungsmittel zumindest zu einem bestimmten Anteil einzusetzen, ohne dass die angesprochenen vorteilhaften Effekte beeinträchtigt werden.

Im Stand der Technik werden bereits Verfahren beschrieben, nach denen beispielsweise Pflanzenöl-Alkylester eingesetzt werden, wobei die Frage der Übersättigung keine Rolle

spielt. So befasst sich die EP 0 593 192 B1 mit einem druckempfindlichen Aufzeichnungsmaterial, wobei das chromogene Material in einem Ester gelöst ist. Bei diesem Ester handelt es sich um einen mono-, di- oder trifunktionellen Ester einer nicht-aromatischen Monocarbonsäure, die eine gesättigte oder ungesättigte geradkettige oder verzweigte Kohlenwasserstoffkette mit mindestens 5 Kohlenstoffatomen in der Kette enthält, zusätzlich zu dem Carboxylkohlenstoffatom. Hierbei erfolgt die Einschränkung, dass (a) der Ester nicht in einem Gemisch mit Pflanzenöl vorliegt, (b) im Falle eines Diesters dieser nicht in einem Gemisch mit Kohlenwasserstofföl vorliegt und (c) wenn der Ester ein Methylpalmitat umfasst, die chromogene Zusammensetzung im wesentlichen ganz aus Ester(n), wie angegeben, und chromogenem Material zusammengesetzt ist.

Die EP 0 520 639 B1 beschreibt ein druckempfindliches Kopierpapier, wobei das eingesetzte Lösungsmittel für die Farbbildner ein Pflanzenöl umfasst. Zusätzlich enthält es einen mono- oder difunktionellen Ester einer nicht-aromatischen Monocarbonsäure, die gesättigte oder ungesättigte, geradkettige oder verzweigte Kohlenwasserstoffatome mit mindestens 3 Kohlenstoffatomen in der Kette aufweist.

Die DE 695 04 612 T2 betrifft unter anderem Mikrokapseln für druckempfindliche Aufzeichnungspapiere. Danach wird das hydrophobe chromogene Mittel in einem organischen Lösungsmittel gelöst. Dieses Lösungsmittel kann eine Mischung enthalten, die durch Umesterung eines Pflanzenöls erhalten worden ist. Es wird herausgestellt, dass die chemische Transformation der Pflanzenöle, obwohl sie nicht die Verunreinigungen aus den Ausgangsölen eliminiert und nicht die Zusammensetzung an Fettsäuren der gleichen Öle modifiziert, die Leistungen synthetischer Ester ermöglicht. Hiermit sollen die Herstellungskosten dieses Produktes weit unter denjenigen synthetischer Ester gesenkt werden. Diese bekannte Lehre bezieht auch ein, dass neben den noch verunreinigten Umesterungsprodukten eines Pflanzenöls Mineralöle eingesetzt werden, dies aber in einer Menge, die noch eine vollständige Lösung des Farbbildners gewährleistet.

Die Erfindung hat sich die Aufgabe gestellt, den oben geschilderten Stand der Technik so weiterzubilden, dass er weiterhin wirtschaftlich geführt werden kann und Mikrokapseln erhalten werden können, die bei ihrer Anwendung in druckempfindlichen Aufzeichnungs-

A

systemen die erforderlichen Anforderungen erfüllen und ökologische Vorteile durch die Einbindung abbaubarer Pflanzenöle oder Derivate hiervon bieten.

Erfindungsgemäß wird diese Aufgabe dadurch gelöst, dass als Lösungsmittel ein Pflanzen-  
5 öl-C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>-Alkylester verwendet wird.

Bei diesem C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>-Alkylester handelt es sich um einen Ester mit einer sogenannten Niedrig-Alkylgruppe mit 1 bis 8 Kohlenstoffatomen. Insbesondere handelt es sich um einen niedrigen linearen oder verzweigten Alkyl-Rest mit einer Kohlenstoffzahl von 1 bis 8.  
10 Vorzugsweise ist der Alkyl-Rest eine C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>-, insbesondere eine C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Gruppe. Die Alkyl-Reste gehen insbesondere auf eine Veresterung bzw. Umesterung des jeweiligen Pflanzenöls mit Methanol, Ethanol, n-Propanol, Isopropanol, n-Butanol, Isobutanol, t-Butanol, Pentanol- und Hexanolisomere und/oder 2-Ethylhexanol zurück. Pflanzenöl-Methylester werden im Rahmen der Erfindung besonders bevorzugt, insbesondere der Rapsöl-Methylester, dieser insbesondere in gereinigter Form.  
15

Bezüglich des zu einem C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>-Alkylester umgeesterten Pflanzenöls unterliegt die Erfindung keiner wesentlichen Einschränkung. Dabei kann es sich beispielsweise handeln um Zwergpalmöl, Rapsöl, Sojaöl, Leinöl, Maisöl, Palmöl, Maisöl, Sonnenblumenöl, Olivenöl, Erdnussöl, Baumwollsaatöl, Kokosnussöl, Palmkernöl, Rüböl, Rizinusöl und Holzöl.  
20

Bevorzugt wird im Rahmen der Erfindung ein Rapsöl-C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>-Alkylester herangezogen. Beim Rapsöl stehen nach der derzeitigen Marktsituation zwei spezielle Rapsöl-Sorten zur Verfügung. Dabei ist das unterscheidende Merkmal der Gehalt an Erukasäure. So gibt es  
25 Rapsöle mit einem hohen Gehalt an Erukasäure ("high eruca, HEAR") mit einem speziellen Fettsäuremuster, wobei ein wesentlicher Bestandteil die Erukasäure ist, während weitere Hauptbestandteile vorliegen in Form von Fettsäuren von C18:1, C18:2 und C18:3, während das Fettsäuremuster von Rapsöl mit niedrigem Erukasäuregehalt eine diesbezüglich deutliche Verschiebung im Fettsäuremuster zeigt, wonach der Gehalt an Erukasäure nur  
30 wenige Prozent und die vorstehend bezeichneten Fettsäuren C18:1 neben C18:2 und C18:3 den Hauptbestandteil ausmachen. Diesbezüglich sei verwiesen auf Michael Bockisch "Nahrungsfette und -öle", Handbuch der Lebensmittel-Technologie, Verlag Eugen Ulmer,

1993, S. 210/211. Die Züchtung der beiden angesprochenen Raps-Sorten führte in jüngster Zeit zu den sogenannten Doppel Null- oder "Null-Null-Sorten", die sowohl Erukasäure als auch toxische Glucosinolate nur noch in Spuren enthalten, während sie reich an Ölsäure sind. Grundsätzlich lassen sich also beide Rapsöle als Ausgangsmaterial für die erfindungsgemäß einzusetzenden Alkylester heranziehen, wobei in Einzelfällen das Rapsöl mit hohem Gehalt an Erukasäure Vorteile bietet, so eine verbesserte Schreibleistung. In Einzelfällen hat es sich gezeigt, dass die angestrebten Effekte insbesondere dann erreicht werden, wenn ein Rapsöl mit hohem Erukasäuregehalt zu dem Pflanzenöl-C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>-Alkylester umgeestert und entsprechend erfindungsgemäß verwendet wird. Dabei werden die angestrebten Effekte insbesondere dann erzielt, wenn das erhaltene Verfahrenserzeugnis von Verunreinigungen befreit worden ist, was ebenfalls für alle weiteren erfindungsgemäß in Frage kommenden Pflanzenöl-C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>-Alkylester gilt.

Im Rahmen der Erfindung wird der angesprochene Reaktionspartner von Farbreaktionssystemen in eine Lösung überführt, die einen der bezeichneten Pflanzenöl-C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>-Alkylester enthält. Hierbei kann dieser alleiniges Lösungsmittel sein. Allerdings hat es sich in verschiedenen Fällen als besonderer Vorteil erwiesen, dass die Lösung zusätzlich ein weiteres Lösungsmittel enthält, das den angesprochenen Reaktionspartner besser löst als der Pflanzenöl-C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>-Alkylester und als "Lösungsmittel guten Lösungsvermögens" bezeichnet wird. Wenn hier von einem "Lösungsmittel guten Lösungsvermögens" gesprochen wird, dann bezieht sich dieses Lösungsvermögen auf den jeweils einzukapselnden Reaktionspartner. Wird der Reaktionspartner von einem solchen Lösungsmittel in einer Menge gelöst, die zu einer zufriedenstellenden konzentrierten und einzukapselnden Lösung führt, dann wird, hier in Abwesenheit des erfindungsgemäß zwingend einzusetzenden Pflanzenöl-C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>-Alkylesters, von einem "guten Lösungsvermögen" gesprochen. Es dient nur der Feststellung des "guten Lösungsvermögens", da im Rahmen der Erfindung dieses Lösungsmittel mit gutem Lösungsvermögen nicht allein, sondern nur in Verbindung mit dem beschriebenen Pflanzenöl-C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>-Alkylester herangezogen wird. Selbstverständlich muss jedes Lösungsmittel auch in dem herzustellenden Übersättigungssystem inerten Charakter haben, d.h., es darf sich weder selbst chemisch verändern noch die jeweils gelöste chemische Verbindung verändern, was auch für die erfindungsgemäß einzusetzenden Pflanzenöl-C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>-



34

Alkylester gilt. So müssen gegebenenfalls in Erscheinung tretende Veränderungen vernachlässigbar sein.

Der für die Zwecke der Erfindung eingesetzte "Nichtlöser" ist zwar im oben angesprochenen Sinne ebenfalls inert, würde jedoch allein keine ausreichende konzentrierte Lösung des jeweils zu lösenden Reaktionspartners bilden. Vielmehr würde er diesen allenfalls unwesentlich, z.B. etwa 0,1 bis 0,3% oder weniger, lösen, was bezüglich der Konzentration der einzukapselnden Lösung an Reaktionspartnern praktisch unbedeutend ist. Das würde beispielsweise im Falle der Mehrzahl der bekannten Farbbildner sowie deren sauren Reaktionspartnern, die regelmäßig besonders gut in aromatischen Systemen löslich sind, bedeuten, dass unpolare aliphatische Verbindungen unter den Begriff "Nichtlöser" fallen, die diese Reaktionspartner unter praktischen Gesichtspunkten nicht lösen. Im Ergebnis sind daher die Begriffe "Nichtlöser" sowie "Lösungsmittel" in Form von Pflanzenöl-C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>-Alkylestern und "Lösungsmittel mit gutem Lösungsvermögen" stets im Hinblick auf ihr Lösungsvermögen gegenüber den zu lösenden Verbindungen in Form der genannten Reaktionspartner zu sehen. In jedem Fall unterscheidet sich ihr diesbezügliches Lösungsvermögen so deutlich, dass unter diesem Gesichtspunkt die hier verwendeten Definitionen gerechtfertigt sind.

Bei den bezeichneten guten Lösungsmitteln handelt es sich insbesondere um aromatische Lösungsmittel und/oder chlorierte Paraffine. Hierzu zählen insbesondere alkylierte Biphenyle, teilydrierte Terphenyle, arylierte Xylole, wie z. B. Xylylxylol, alkylierte Naphthaline, wobei der Alkyl-Rest vorzugsweise 3 bis 10 Kohlenstoffatome enthält, und es sich insbesondere um den Isopropyl-, Di-isopropyl-, Butyl-, Amyl-, Hexyl- und/oder 2-Ethylhexyl-Rest handelt. Die Alkylphthalate, insbesondere die Octylphthalate, aber auch einfache aromatische Verbindungen, wie Benzol, Alkylbenzole (z.B. Methylbenzol, Ethylbenzol, Propylbenzol, Isopropylbenzol, Amylbenzol und Hexylbenzol) sowie Halogenbenzole, wie Chlorbenzol, sind geeignet. Als nicht-aromatische Verbindungen, die ebenfalls im Sinne der Erfindung Lösungsmittel guten Lösungsvermögens darstellen, sind insbesondere chlorierte Paraffine anzugeben. Von besonderer Bedeutung sind hierunter chlorierte geradkettige Paraffine mit 6 bis 18 Kohlenstoffatomen und einem Chlorierungsgrad von 20 bis 60 Gew.-%.

Im Rahmen der Erfindung lässt sich eine Vielzahl von Nichtlösern für die jeweiligen Reaktionspartner von Farbreaktionssystemen heranziehen. Hierbei handelt es sich insbesondere um nicht-aromatische Lösungsmittel, die entweder in der Natur in großen Mengen  
5 vorkommen und damit billig sind bzw. einfach und daher wirtschaftlich hergestellt werden. Hierzu zählen insbesondere aliphatische und cycloaliphatische Verbindungen. Die aliphatischen und cycloaliphatischen Erdöl-Bestandteile spielen dabei eine besondere Rolle, insbesondere Rohbenzin (Gasolin) bzw. seine Teilfraktionen in Form von Petrolether, Leichtbenzin, Ligroin (Lackbenzin), Schwerbenzin, Leuchtöl (Kerosin), d.h., die zweite Hauptfraktion des einer fraktionierten Destillation unterworfenen Erdöls, das Paraffinkohlenwasserstoff mit 9 bis etwa 20 Kohlenstoffatomen enthält, sowie auch Gasöl (Dieselöl, Heizöl)  
10 als dritte Hauptfraktion der Destillation, das sich aus Paraffinen mit 12 bis 18 Kohlenstoffatomen zusammensetzt und in Dieselmotoren oder für Heizzwecke Verwendung findet. Auch Erdgasbenzin ist geeignet, das im Erdgas vorhandene Benzingasanteile darstellt und durch Komprimieren oder durch Absorption in Öl aus dem Gas entfernt wird.  
15

Die oben genannten aliphatischen Erdölfraktionen gehen auf ein Erdöl zurück, das hauptsächlich geradkettige Paraffine enthält. Daneben gibt es auch ein Erdöl (wie das sowjetische Naphthah), das bis zu 80% aus cyclischen Kohlenwasserstoffen (Naphthene) besteht.  
20 Die flüssigen Naphthenfraktionen lassen sich ebenfalls mit Vorteil heranziehen. Hierzu zählen als wichtigste Vertreter Cyclopentan und Cyclohexan sowie deren Alkyl-Derivate. Ferner kommen Erdölfraktionen von solchen Erdölen in Frage, die bezüglich ihrer Zusammensetzung eine Mittelstellung zwischen den "paraffinischen" und den "naphthenischen" Erdölen einnehmen.

25 Bei der Wahl der Mengenverhältnisse von Nichtlöser zu den Lösungsmitteln unterliegt die Erfindung keinen wesentlichen Einschränkungen. Es lässt sich für den Fachmann problemlos dasjenige Gewichtsverhältnis einstellen, mit dem es gewährleistet ist, dass sich der erfindungsgemäße Verfahrensablauf vollzieht und schließlich ein wertvolles Kapselmaterial erhalten wird, das die Lösung der zugrundegelegten Aufgabe, siehe oben, ermöglicht.  
30 Hierbei ist es bevorzugt, dass das Lösungsmittel oder Lösungsmittelgemisch und der Nichtlöser, insbesondere in Form des nicht-aromatischen Lösungsmittels, in einem Ge-



- wichtsverhältnis eingestellt werden, bei dem auf 1 Gew.-Teil Lösungsmittel oder Lösungsmittelgemisch etwa 0,5 bis 4 Gew.-Teile, insbesondere etwa 1 bis 2,5 Gew.-Teile Nichtlöser entfallen. Für den Fall, dass ein "gutes" Lösungsmittel für den jeweiligen Reaktionspartner eines Farbreaktionssystems neben dem erfindungsgemäß heranzuziehenden Pflanzenöl-C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>-Alkylester verwendet wird, ist es bevorzugt, wenn auf 1 Gew.-Teil gutes Lösungsmittel etwa 0,1 bis 9 Gew.-Teile, insbesondere etwa 0,25 bis 2 Gew.-Teile Pflanzenöl-C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>-Alkylester entfallen. In jedem Fall wird, wie bereits mehrfach zum Ausdruck gebracht, letztlich das angesprochene Übersättigungssystem eingestellt und erfindungsgemäß weiterbehandelt. Unter Bezugnahme auf Raumtemperatur sollte dabei eine Übersättigung von mindestens 5%, vorzugsweise von mindestens etwa 30% und insbesondere mehr als etwa 50 Gew.-% eingestellt werden. Es ist im Rahmen der Erfindung bei rein handwerklich gesteuerter Verfahrensführung durchaus möglich, einen Übersättigungsgrad von mehr als etwa 60 Gew.-% und in Einzelfällen auch von mehr als 85 Gew.-% zu erreichen.
- Das erfindungsgemäße Verfahren ist für die Einkapselung von Farbbildnern von Farbreaktionssystemen, insbesondere in Farbreaktionspapieren, bei denen sich Farbbildner und saurer Reaktionspartner räumlich voneinander getrennt auf der Oberfläche zweier verschiedener sich berührender Papiere oder auf der Oberfläche eines einzigen Papiers (autogene Papiere) von besonderem Vorteil. Als Reaktionspartner in Farbreaktionssystemen kommen dabei insbesondere basische Farbbildner in Frage. Hierbei handelt es sich insbesondere um folgende Verbindungen: Diarylphthalid, wie 3,3-Bis-(p-dimethylaminophenyl)-6-dimethylaminophthalid (Kristallviolett-lakton) und 3,3-Bis-(p-dimethylaminophenyl)phthalid (Malachitgrün-lakton), Leukauramine, wie z.B. N-(2,5-Dichlorphenyl)leukauramin, N-Benzoylauramin, N-Acetylauramin oder N-Phenylauramin, Rhodamin-B-Laktam, wie N-(p-Nitrophenyl)rhodamin-B-laktam, Polyarylcarbinole, wie Bis-(p-dimethylaminophenyl) methanol, Kristallviolettcarbinol. Eine besondere wirtschaftliche Bedeutung hat die Farbbildnergruppe der Fluorane, insbesondere die der 2,7-Di-N-substituierten Fluorane, deren Amino- oder N-Heterocykelgruppen substituiert sind, erlangt (der Vollständigkeit halber sei erwähnt, daß in der Fachliteratur die 3,7-Positionen des Fluorangerüsts gelegentlich auch als 2,6-Positionen, je nach dem angewandten Nomenklaturzählsystem, bezeichnet werden). Solche Fluoran-Farbbildner sind in der Literatur umfänglich beschrieben, z. B. in der EP-A-276 980, GB-B-12 69 601, GB-B-13 74 049, GB-B-20 02 801, GB-B-11 82 743. Wei-

terhin bedeutsame Farbbildner rekrutieren sich aus der Gruppe der 3.1-Benzoxazine, wie zum Beispiel 2-Phenyl-4-(4-diethylaminophenyl)-4-(4-methoxyphenyl)-6-methyl-7-dimethylamino-4H-benz.3,1-oxazin oder isomere Verbindungen davon. Auch Benzo- und Naphthospiropyrane sind von gewisser Bedeutung. Hierbei handelt es sich um sogenannte Primärfarbbildner, die bei der gewünschten Farbreaktion praktisch momentan durch die Reaktion mit dem sauren Reaktionspartner eine Farbe bilden können. Zusätzlich können auch Sekundärfarbbildner, deren Farbreaktion vergleichsweise langsam verläuft und einem schnellen Verbleichen der durch den Primärfarbbildner gebildeten Färbung entgegenwirken, herangezogen werden. Hierfür ist insbesondere N-Benzoylleukomethylenblau und/oder ein N-Alkylcarbazolyldiphenylmethan-Derivat geeignet.

In der Farbreaktionstechnik, insbesondere der Farbreaktions-Papiertechnik, ist es in Einzelfällen vorteilhaft, auch den Reaktionspartner der Farbbildner gelöst einzukapseln. Für die üblichen sauren Reaktionspartner wird insbesondere ein aromatisches Lösungsmittel eingesetzt. Zu den Reaktionspartnern zählen saure Phenolharze, insbesondere Phenylaldehydharze, wie Phenol-Formaldehyd-Harze. Im Rahmen der Erfindung können auch sogenannte "chelatisierte" oder "zinkmodifizierte" Phenolharze eingekapselt werden, bei denen die phenolischen Protonen durch Zink ersetzt sind. Diese werden beispielsweise in der US-A-37 32 120 beschrieben. Insbesondere kommen dabei Verbindungen mit einer sauren Carboxylgruppierung (auch in Form einer Anhydrid-Struktur) in Frage, wie: Phenolacetylen-Polymere, Maleinsäureharze, teilweise oder vollständig hydrolysierte Styrolmaleinsäureanhydrid-Mischpolymerisate und Ethylenmaleinsäureanhydrid-Mischpolymerisate, Carboxypolymethylen und ganz oder teilweise hydrolysiertes Phenylmethylenethermaleinsäureanhydrid-Mischpolymerisat, p-Halogenphenol-Formaldehydharze sowie Harze vom Typ des Bisphenols A. Darüber hinaus eignen sich insbesondere auch saure Monomere phenolischer Verbindungen, wie z.B. Bis-(p-Hydroxyphenyl)propan, Naphthol-Derivate, p-Hydroxybenzoesäureester und Salicylsäure-Derivate.

Die oben beschriebenen sauren Reaktionspartner von Farbbildnern eignen sich im Rahmen der Erfindung besonders bevorzugt für folgende Farbbildner: Kristallviolett-lacton, orange, rot und grünolive bzw. schwarz reagierende Fluorane und Benzonaphthospiranverbindungen.

Auch bei der Wahl des Einkapselungsverfahrens unterliegt die vorliegende Erfindung keiner wesentlichen Einschränkung. Hierbei können die bekannten Einkapselungsverfahren herangezogen werden, die im allgemeinen ein ausreichend schnelles Einkapseln des frisch gebildeten gesättigten Lösungssystems des Farbbildners bzw. seines sauren Reaktionspartners in Emulsionsform gewährleisten. Dabei ist im allgemeinen die Ausbildung einer wenn auch noch flüssigen Kapselumhüllung innerhalb von wenigen Sekunden bis wenigen Minuten abgeschlossen. Das Einkapseln kann in einem zeitlichen Rahmen von nur etwa 2 Minuten abgeschlossen sein. Nachfolgende Maßnahmen, wie z.B. die Härtung der Kapsel, sind für die Erfindung gleichfalls nicht von kritischer Bedeutung und können erheblich längere Reaktionszeiten in Anspruch nehmen. Besonders bevorzugt ist im Rahmen der Erfindung das Koazervierungsverfahren auf Gelatinebasis sowie das Melaminformaldehyd-Kondensationsverfahren. Gleichmaßen sind auch solche üblichen Verfahren geeignet, die nicht auf dem Koazervierungs- bzw. Kondensationsprinzip beruhen.

Geeignete Einkapselungsverfahren werden nachfolgend noch detaillierter erläutert: Beim Koazervierungsverfahren stellt man z.B. eine etwa 50°C warme wässrige Lösung aus ionisierbarem hydrophilen Kolloidmaterial (insbesondere Gelatine, Gummiarabicum, CMC, Alginat oder Kasein) her, wobei mindestens zwei elektrisch gegenpolig aufgeladene Kolloide ausgewählt werden. Bei der Verwendung von Gelatine einerseits und z.B. Gummiarabicum andererseits liegen oberhalb des isoelektrischen Punktes der Gelatine (z.B. pH 8) gleichnamig elektronegativ geladene Kolloidionen vor. Die einzukapselnde Lösung des Farbbildners wird in dieser wässrigen Kolloidlösung emulgiert, wobei sich eine Emulsion vom Typ Öl-in-Wasser bildet. Anschließend wird der pH-Wert auf etwa 3,8 unter gleichzeitigem Verdünnen der Emulsion mit Wasser gesenkt, indem zu der Emulsion 50°C warme, stark verdünnte wässrige Essig- oder Salzsäure gegeben wird. Dabei erfolgt eine elektropositive Umladung der Gelatinemoleküle, verbunden mit einem Abscheiden des die Kapselwand bildenden flüssigen Komplexkoazervats. Beim Abkühlen der Mischung von 50°C auf 6 bis 8°C tritt Gelatinisierung bzw. Verfestigung der Kapselwandung ein. Eine zusätzliche chemische Härtung der Kapselwände durch Vernetzen der Gelatine mittels Formaldehyd oder Glutaraldehyd führt zu stabilen Kapseldispersionen. Dieses Verfah-



ren wird unter anderem beschrieben in der US-A-28 00 457. Es kann entsprechend Anwendung zum Einkapseln des sauren Reaktionspartners des Farbbildners finden.

Es gibt aber auch, wie bereits angesprochen, Verfahren, bei denen die Mikrokapseln mit einer umschlossenen Lösung eines Reaktionspartners eines Farbreaktionssystems ohne Koazervation, allein durch Zumischen eines mit Wasser nicht-mischbarem öligen Materials, einer Lösung mindestens eines thermoplastischen Harzes und Wasser hergestellt werden. Das Wasser bewirkt dabei das Ausscheiden des Harzes aus der Lösung in Form fester Teilchen um einen Kern des genannten ölige Materials. Dieses Verfahren wird in der US-A-34 18 250 beschrieben. Weitere relevante Einkapselungsverfahren, die im Rahmen der Erfindung herangezogen werden können, gehen aus der DE-A-29 40 786 sowie 26 52 875 hervor.

Bei dem aus der DE-A-29 40 786 bekannten Verfahren wird die Kondensation von Melamin-Formaldehyd-Vorkondensaten und/oder deren C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkylethern in Wasser genutzt, indem das im wesentlichen in Wasser unlösliche, den Kern der Mikrokapseln später bildende Material dispergiert ist. Die Kondensation erfolgt in Gegenwart von gelösten Polymeren, die negativ geladene ionische Gruppen enthalten, bei pH-Werten von 3 bis 6,5 und bei Temperaturen von 20 bis 100°C. Das besondere Kennzeichen dieses Verfahrens besteht darin, dass das, in Wasser gelöste Polymer ein Sulfonsäuregruppen tragendes Homo- oder Copolymerisat ist, das keine Phenyl- und/oder Sulfophenylgruppen aufweist und das einen K-Wert nach Fikentscher von 100 bis 170 sowie eine Viskosität von 200 bis 500 mPas bei einem Schergefälle von 489 s<sup>-1</sup> (gemessen in 20 gew.-%iger Lösung bei 20°C) hat, und das Melamin-Formaldehyd-Vorkondensat nach Maßgabe der Kondensation kontinuierlich oder in Portionen zugegeben wird. Dieses Verfahren ist leicht steuerbar. So kann durch einfache Reihenversuche die optimale benötigte Menge an wasserlöslichen Polymeren leicht ermittelt werden. Ein ähnliches Einkapselungsverfahren, das ebenfalls auf der Kondensationsreaktion von Melamin-Formaldehyd-Vorkondensatharzen und/oder deren C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkylethern basiert, wird in der DE-C1-37.43 427 beschrieben.

Mit Vorteil lässt sich im Rahmen der Erfindung auch das in der EP-B-0 16 366 beschriebene Verfahren heranziehen, dessen spezieller Anwendungsfall die Herstellung von die

Lösung eines Farbbildners enthaltenden Mikrokapseln betrifft. Hierbei wird die Lösung eines Farbbildners in einem organischen Lösungsmittel von Kapseln aus einem Polyadditionsprodukt eines speziellen Diisocyanats und eines Diamins umhüllt. Zuerst wird unter Erwärmen und unter Rühren ein geeignetes Diisocyanat zu einer Lösung eines Farbbildners in einem aromatischen Lösungsmittel gegeben. Diese organische Phase wird dann in eine wässrige Polyvinylalkohollösung überführt und an einer Ultraschallpfeife emulgiert. Unter Rühren wird dieser Emulsion eine verdünnte wässrige Aminlösung zugeführt. Die Menge des Amins und des Isocyanats stehen im stöchiometrischen Verhältnis. Nach der Zugabe des Amins wird noch eine gewisse Zeit bei Raumtemperatur und darauf bei erhöhter Temperatur nachgerührt.

Das erfindungsgemäße Verfahren kann durch rein handwerkliche Erwägungen im Hinblick auf bestimmte Zielsetzungen Modifikationen unterzogen werden, ohne dass die angestrebten Vorteile beeinträchtigt würden. Auch können andere, vorstehend nicht beschriebene Verfahren für die Zwecke der Erfindung geeignet sein, sofern sie gewährleisten, dass die mehr oder weniger stark übersättigte frische Lösung der Reaktionspartner von Farbreaktionssystemen, insbesondere in Farbreaktionspapieren, in einer so kurzen Zeit eingekapselt bzw. umhüllt wird, dass störende vorzeitige Auskristallisation der gelösten Reaktionspartner vor dem Einkapseln weitestgehend ausgeschlossen sind. Als Richtlinie für die Zeitdauer zwischen Herstellung der übersättigten Lösung und Ausbildung der einzelnen Tröpfchen des zu umkapselnden Mediums mit Beginn der Umhüllung kann eine Zeit von etwa 1 bis 60 Sekunden angegeben werden. Bei optimaler Verfahrensführung kann diese Zeit sogar noch unterschritten werden, was von Vorteil ist. Begünstigt wird eine kurzzeitige Verfahrensführung dadurch, dass das Vermischen der Ausgangsmaterialien, einerseits die möglichst hochkonzentrierte Lösung des jeweiligen Reaktionspartners und andererseits dessen Nichtlöser, in einem Schnellmischer, z.B. einem stationären Rohrmischer, der unmittelbar vor dem eigentlichen Emulgierapparat stationiert ist, durchgeführt wird. Der zeitbestimmende Schritt des gesamten Verfahrens läge dann lediglich noch in der Einkapselungsmethode. Die üblichen Einkapselungsverfahren gewährleisten regelmäßig eine schnelle Verfahrensführung.

Technologisch lässt sich die vorliegende Erfindung wie folgt erklären: Durch das rasche Emulgieren mit nachfolgendem Einkapseln der frischen übersättigten Lösung des Reaktionspartners, insbesondere des Farbbildners für Farbreaktionspapiere, mit einem hohen Nichtlöser-Anteil kommt der an sich zu erwartende umfängliche Kristallisationsvorgang innerhalb der Kapsel nicht erkennbar zustande. Dies könnte beispielsweise darauf zurückgehen, dass die Kristallkeimbildungskräfte innerhalb der Kapseln bzw. auf den Kapselinnenwänden nicht ausreichen. Andererseits ist es wahrscheinlich, dass dennoch, zumindest in einem gewissen Umfang, Kristallisationsvorgänge in Mikroform ablaufen, diese aber zu besonders feinkristallinen bzw. kolloiddispersen Ausfällungen führen, die praktisch einer Molekular dispersion entsprechen, wobei sich dieser Dispersionszustand bei späteren praktischen Gebrauch, so z.B. von Kapseln mit einem Gehalt einer Lösung eines Farbbildners in Farbreaktionspapieren beim Schreibvorgang, nicht nachteilig auswirkt. Der oben dargelegte mögliche Wirkungsmechanismus soll nicht bindend sein. Es könnten auch andere Wirkungsmechanismen eine Erklärung geben.

Der besondere Vorteil der Erfindung besteht darin, dass der Anteil des Nichtlösers außergewöhnlich hoch werden kann, sogar in Einzelfällen bis zu etwa 85 Gew.-% und mehr des gesamten Lösungssystems. Das bedeutet, dass der Preis des Gesamtsystems im wesentlichen durch den billigen Nichtlöser bestimmt wird. Erfolgt das Einkapseln aus einem solchen Lösungssystem, dann werden Kapseln erhalten, die bezüglich ihrer Eignung in Farbreaktionssystemen den bekannten Kapseln, die aus nicht übersättigten Systemen hergestellt werden, mindestens gleichwertig sind. Durch die erfindungsgemäß zwingende Einbindung von Pflanzenöl-C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>-Alkylestern treten weitere überraschende Vorteile in Erscheinung. Insbesondere treten sie verstärkt in Erscheinung bei der Verwendung von Rapsöl-C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>-Alkylestern, vorzugsweise Rapsölmethylester. So hat es sich gezeigt, dass die Schreibleistung gegenüber den bisher eingesetzten Systemen deutlich verbessert wird. Dies kann unter anderem darauf zurückzuführen sein, dass die erhaltenen Kapseln nach der Verteilungskurve von Gauss überraschenderweise eine enge Teilchengrößenverteilung zeigen, insbesondere eine enge und mono-modale Verteilungskurve. Da demzufolge die Farbintensität eines entsprechenden Ausdruckes mit derartigen Reaktionsdurchschreibesystemen gesteigert ist, ergibt sich hieraus, wenn gleiche Farbintensität angestrebt wird, die Möglichkeit des Senkens der Mikrokapselmasse/m<sup>2</sup>, was einen wirtschaftlichen Vorteil bedeutet.

Darüber hinaus führt die mono-modale Verteilung zu weiteren Vorteilen. So ist die unerwünschte hohe Reibempfindlichkeit, die man bei bekannten Systemen feststellt, durch den Ausschluss überdimensionierter Mikrokapseln stark reduziert. Nicht wirksame Mikrokapseln mit zu kleinem Durchmesser werden weitgehend ausgeschlossen, was ebenfalls einen Kostenvorteil bedeutet. Zu kleine Mikrokapseln sind im allgemeinen nutzlos, während die größeren eine zu hohe Angriffsfläche bei Reibung und Handling zeigen. Somit ist es stets wünschenswert, Kapseln zur Verfügung zu haben, die bei enger Teilchengrößenverteilung (z.B. durchschnittlicher Teilchendurchmesser von 4,47 Mikrometer) mono-modal sind. Darüber hinaus wird die biologische Abbaubarkeit durch die Einverleibung von Pflanzenölalkylestern positiv beeinflusst.

Die Erfindung soll nachfolgend anhand verschiedener Beispiele sowie einer Figur erläutert werden. Die Figur zeigt in schematischer Form die Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens. Hierbei wird auf das Einkapseln eines Farbbildners für Farbreaktionspapiere Bezug genommen. Entsprechendes gilt auch für die Einkapselung eines sauren Reaktionspartners des Farbbildners.

Nach der Figur befindet sich eine Lösung von Kristallviolett-lacton in einer Mischung aus 30 Gewichtsteilen Xylylxylol und 15 Gewichtsteilen Rapsölmethylester im Behälter 1, während entaromatisiertes Kerosin (aliphatisches bzw. nicht-aromatisches Lösungsmittel) im Behälter 2 vorliegt. Im Behälter 3 befindet sich eine wässrige kolloidale Gelatinelösung, die später das Material der Kapsel bildet. Im Behälter 4 befindet sich als wässrige Gummiarabicum-Lösung die zweite kolloidale Komponente. Die Farbbildnerlösung des Behälters 1 tritt über Leitung 6 in den Pumpenkopf 13 des Dosiersystems 29 (Dosierpumpen) ein. Das Dosiersystem 29 weist neben dem Pumpenkopf 13 noch weitere Pumpenköpfe 14, 15 und 16 auf. Der Nichtlöser des Behälters wird dem Pumpenkopf 14 über die Leitung 7 zugeleitet. Von den Pumpenköpfen 13 bzw. 14 gelangen die erwähnten Materialien der Behälter 1 und 2 über Leitung 17 bzw. 18 in den statischen Rohrmischer 19. Der Rohrmischer 19 stellt ein Strömungsrohr dar. Die Förderleistung der Pumpenköpfe 13 und 14 wird so eingeregelt, dass das Mischungsverhältnis von Farbbildnerlösung, enthaltend 30 Gewichtsteile Diisopropylnaphthalin und 15 Gewichtsteile Rapsölmethylester, zu Kerosin in dem frisch vereinigten Lösungsmittelgemisch 1 : 1,22 beträgt.

Dieses Gemisch wird einem weiteren statischen Rohrmischer 22 über die Leitung 21 zugeleitet. Gleichzeitig wird dem statischen Rohrmischer 22 über die Leitung 20 das Kapselwandmaterial über den Pumpenkopf 15 des Dosiersystems 29 zugespeist. Hierbei handelt es sich um eine Mischung aus Gelatine- und Gummiarabicum-Lösungen aus den Behältern 3 und 4, die über die Leitung 8 und 9 im Behälter 10 homogen gemischt werden. Das Gemisch wird darauf in der erwähnten Weise weitergeleitet. Die in dem Schnellmischer 22 gebildete grobe Emulsion wird über eine Leitung 23 sowie ein Feinemulgiergerät 24 sowie eine Leitung 26 dem Koazervierungsbehälter 28 zugeleitet. Gleichzeitig werden zur Koazervierung erforderliche Additive aus dem Behälter 5 über die Leitung 12, den Pumpenkopf 16 des Dosiersystems 29 und die Leitung 25 in den Koazervierungsbehälter 28 eingeführt. Hierbei handelt es sich um die die Koazervation einleitende wässrige Säurelösung. In dem Koazervierungsbehälter 28 mit Rührer 27 stellt sich zunächst ein System ein, bei dem das Kapselwandmaterial noch flüssig ist, aber bereits eine flüssige Umhüllung der einzukapselnden Tröpfchen vorliegt. Die Zeit zur Ausbildung der flüssigen Kapselumhüllung beträgt nur wenige Sekunden, z.B. 15 Sekunden. Nach Verlassen des Koazervierungsbehälters 28 über den Auslass 31 wird die entnommene Masse von 50°C auf etwa 6 bis 8°C abgekühlt. Das Kapselwandmaterial erstarrt aufgrund dieser Abkühlung. Um den Kapselwänden der gebildeten Kapseln einen Durchmesser von etwa 3 bis 10 µm irreversibel die gewünschte Härte zu verleihen, wird die erhaltene Kapseldispersion z.B. mit Hilfe einer Formalinlösung in bekannter Weise gehärtet. Die Vorrichtung, die zu diesem Abkühlen und Härten herangezogen werden, sind in der beschriebenen Figur nicht gezeigt. Vorrichtungen dieser Art sind bekannt.

Die folgenden Beispiele zeigen Rezepturen der erfindungsgemäßen einzukapselnden übersättigten Lösung von Reaktionspartnern von Farbreaktionssystemen:

#### Beispiel 1

Rezeptur des einzukapselnden Öls:

Kristallviolett-lakton

1,9 Gew.-%

9-N-Butyl-carbazolyl-(3)-4'-bis

B



	(N-methyl-N-phenylamino)-diphenylmethan	0,7 Gew.-%
	Monoisopropylbiphenyl	17,4 Gew.-%
	Rapsöl-Methylester	20,0 Gew.-%
5	Entaromatisiertes Kerosin	<u>60,0 Gew.-%</u>
		100,0 Gew.-%

**Beispiel 2**

10

Rezeptur des einzukapselnden Öls:

	Kristallviolettlakton	0,94 Gew.-%
	6-(N-Ethyl-N-p-tolylamino)-2-methyl-fluoran	0,45 Gew.-%
15	1.3-Dimethyl-6-diethylamino-fluoran	0,56 Gew.-%
	2-Dibenzylamino-6-diethylamino-fluoran	0,85 Gew.-%
	<u>2- Phenylamino-3-methyl-6-diethylamino-fluoran</u>	<u>2,00 Gew.-%</u>
	Schwarz reagierende Farbbildnermischung	4,80 Gew.-%
20	Chlorparaffin	10,0 Gew.-%
	Rapsöl-Methylester	30,2 Gew.-%
	Entaromatisiertes Kerosin, naphthenreich	<u>55,0 Gew.-%</u>
		<u>100,0 Gew.-%</u>

25

**Beispiel 3**

Rezeptur des einzukapselnden Öls:

30	Schwarzreagierende Farbbildnermischung gemäß Beispiel 2:	4,8 Gew.-%
----	---	------------

16

Diisopropylnaphthalin	15,0	Gew.-%
Rapsöl- Methylester	20,0	Gew.-%
Aliphatisches Kohlenwasserstofföl, gereinigt	<u>60,2</u>	<u>Gew.-%</u>
	100,0	Gew.-%

5

\* \* \*

Papierfabrik August Koehler AG  
u.Z.: Pat 434/60-02

München, den 20.09.02  
Dr.H/hn(mr)

5

### PATENTANSPRÜCHE

- 10 1. Verfahren zum Einkapseln einer in einer wässrigen Emulsion vorliegenden Lösung von Reaktionspartnern von Farbreaktionssystemen durch übliche Mikroinkapselungsverfahren, wobei der Reaktionspartner zunächst in einem Lösungsmittel gelöst und der erhaltenen Lösung unter schnellem Mischen ein Nichtlöser, der den Reaktionspartner allenfalls unwesentlich löst, in einer eine übersättigte Lösung einstellen-  
15 den Menge beigemischt, die übersättigte Lösung unmittelbar unter schnellem Mischen in der wässrigen Phase emulgiert und unmittelbar danach das Einkapseln durchgeführt wird, dadurch gekennzeichnet, dass als Lösungsmittel ein Pflanzenöl-C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>-Alkylester verwendet wird.
- 20 2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass ein Pflanzenöl-Methylester verwendet wird.
3. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, dass als Pflanzenöl-Methylester ein Rapsöl-Methylester verwendet wird, erhalten insbesondere aus erucasäure-  
25 reichem Rapsöl.
4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass der Rapsöl-Methylester in gereinigter Form eingesetzt wird.
- 30 5. Verfahren nach mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass zusätzlich ein gutes Lösungsmittel verwendet wird, das den Reaktionspartner von Reaktionssystemen besser als der Pflanzenöl-C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>-Alkylester löst.
6. Verfahren nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, dass als gutes Lösungsmittel besseren Lösungsvermögens aromatische Lösungsmittel und/oder chlorierte Paraffine verwendet werden.

7. Verfahren nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass als aromatisches Lösungsmittel alkylierte Biphenyle, alkylierte Naphthaline, alkylierte Terphenyle, aryl-  
lierte Xylole und/oder Diarylalkanverbindungen verwendet werden.
- 5
8. Verfahren nach mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass als Nichtlöser ein nicht-aromatisches Lösungsmittel verwendet wird.
- 10
9. Verfahren nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, dass als nicht-aromatisches Lösungsmittel ein aliphatischer und/oder cycloaliphatischer Kohlenwasserstoff verwendet wird.
- 15
10. Verfahren nach mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche 5 bis 9, dadurch gekennzeichnet, dass auf 1 Gew.-Teil Lösungsmittel oder Lösungsmittelgemisch etwa 0,5 bis 4 Gew.-Teile, insbesondere etwa 1 bis 2,5 Gew.-Teile Nichtlöser entfallen.
- 20
11. Verfahren nach mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche 6 bis 10, dadurch gekennzeichnet, dass auf 1 Gew.-Teil gutes Lösungsmittel etwa 0,1 bis 9 Gew.-Teile, insbesondere etwa 0,25 bis 2 Gew.-Teile Pflanzenöl-C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>-Alkylester entfallen.
- 25
12. Verfahren nach Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, dass als Reaktionspartner von Farbreaktionssystemen ein basischer Farbbildner eingekapselt wird.
- 30
13. Verfahren nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, dass als basischer Farbbildner ein Lacton-Derivat, Fluoran-Derivat, Phthalid-Derivat, Diphenylmethan-Derivat, Triphenylmethan-Derivat, Oxazin-Derivat und/oder Spiropyran-Derivat eingesetzt werden.
14. Verfahren nach Anspruch 12 oder 13, dadurch gekennzeichnet, dass zusätzlich als Farbbildner N-Benzoylleucomethylen-Blau und/oder ein N-Alkylcarbazolyldiphenylmethan-Derivate eingesetzt werden.

15. Verfahren nach mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche 12 bis 14, dadurch gekennzeichnet, dass der saure Reaktionspartner des basischen Farbbildners eingekapselt wird.

5

16. Verfahren nach Anspruch 15, dadurch gekennzeichnet, dass als saurer Reaktionspartner eine saure phenolische Verbindung und/oder ein zinkmodifiziertes Salicylsäurederivat und/oder sauer aktivierte Tonmineralien eingekapselt werden.

10

17. Verfahren nach mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass zur Einkapselung das Koazervierungsverfahren angewandt wird.

18. Kapseln, erhältlich nach einem Verfahren gemäß mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche.

15

19. Verwendung der Kapseln nach Anspruch 18 mit einer eingekapselten Mikrodispersion eines basischen Farbbildners, der durch die Reaktion mit sauren Reaktionspartnern eine Farbe liefert, in Farbreaktionspapieren.

20

\* \* \*

Papierfabrik August Koehler AG  
u.Z.: Pat 434/60-02

München, den 20.09.02  
Dr.H/hn

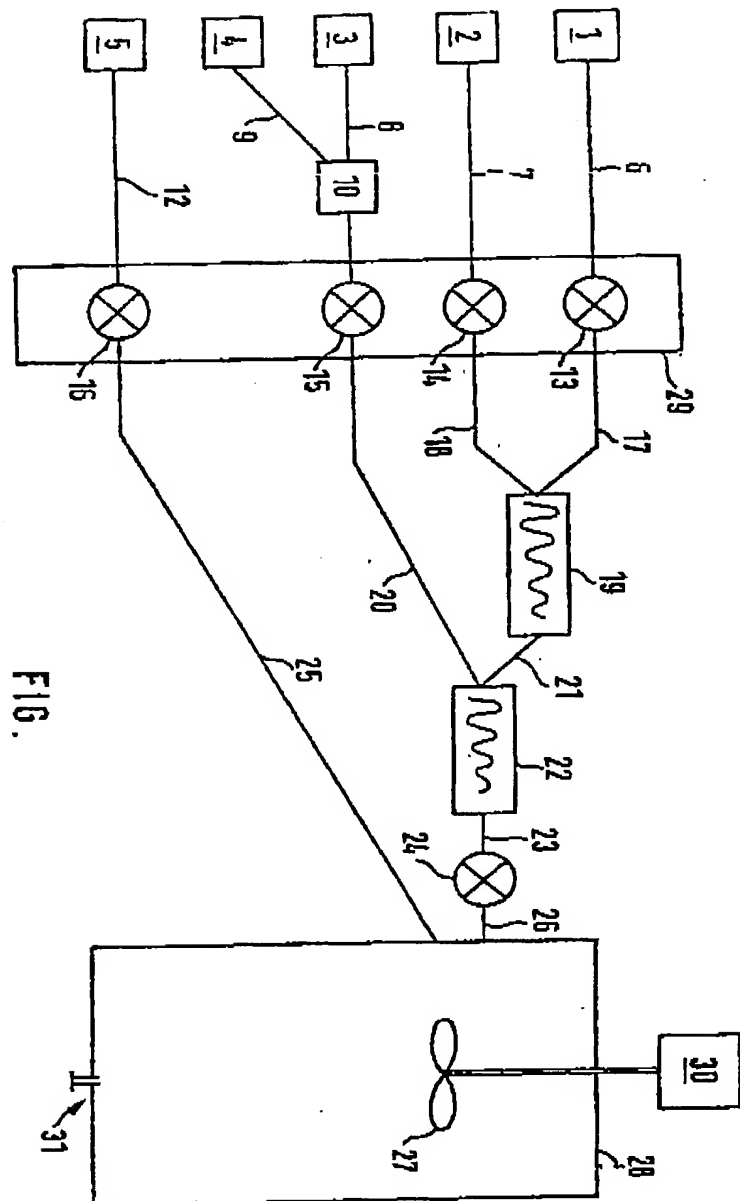
5

### ZUSAMMENFASSUNG

10 Beschrieben wird ein Verfahren zum Einkapseln einer in einer wässrigen Emulsion vor-  
liegenden Lösung von Reaktionspartnern von Farbreaktionssystemen durch übliche Mikro-  
einkapselungsverfahren, wobei der Reaktionspartner zunächst in einem Lösungsmittel ge-  
15 löst und der erhaltenen Lösung unter schnellem Mischen ein Nichtlöser, der den Reakti-  
onspartner allenfalls unwesentlich löst, in einer eine übersättigte Lösung einstellenden  
Menge beigemischt wird, die übersättigte Lösung unmittelbar unter schnellem Mischen in  
der wässrigen Phase emulgiert und unmittelbar danach das Einkapseln durchgeführt wird.  
15 In dem Lösungsmittel wird ein Pflanzenöl-C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>-Alkylester herangezogen. Dieses Verfah-  
ren zeigt wirtschaftliche und technologische Vorteile. So lassen sich Mikrokapseln mit  
vorteilhaft enger mono-modaler Teilchenverteilung herstellen, was zu einer verbesserten  
Schreibleistung führt.

20

\* \* \*



**FILE**



Creation date: 11-05-2003  
Indexing Officer: MVUONG - MY-HANH VUONG  
Team: OIPEBackFileIndexing  
Dossier: 10682632

Legal Date: 10-20-2003

No.	Doccode	Number of pages
1	IDS	2

Total number of pages: 2

Remarks:

Order of re-scan issued on .....